

## EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 06144867  
PUBLICATION DATE : 24-05-94

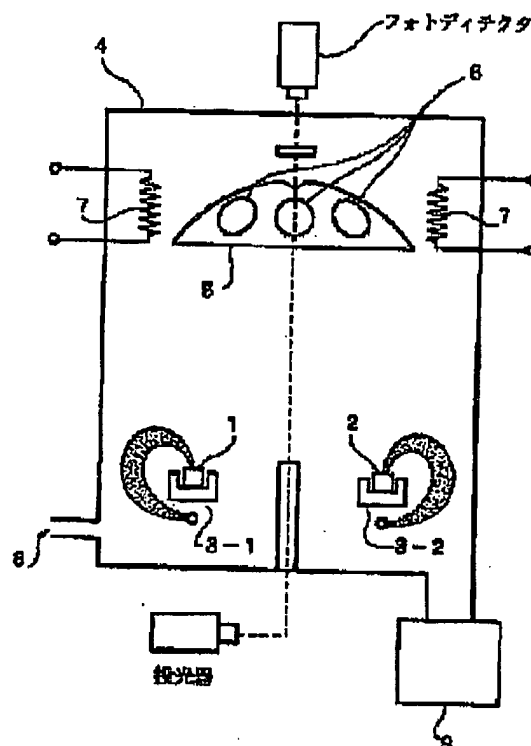
APPLICATION DATE : 06-11-92  
APPLICATION NUMBER : 04297071

APPLICANT : NIPPON TELEGR & TELEPH CORP  
<NTT>;

INVENTOR : IMOTO KATSUYUKI;

INT.CL : C03C 3/04 G02B 6/12

TITLE : METHOD FOR FORMING GLASS FILM



ABSTRACT : PURPOSE: To form a glass film for core, having excellent uniformity of refractive index in a plane and low loss and to produce an optical waveguide.

CONSTITUTION:  $\text{SiO}_2$  tablets 1 and 2 containing a material for controlling a refractive index are evaporated by an electron beam metallizing method to form a glass film on a substrate 6. Tablets prepared by raw material powder having  $\leq 1 \mu\text{m}$  particle diameter and uniform particle diameter are used as the tablets 1 and 2. The tablets 1 and 2 are obtained by blending the material for controlling a refractive index with  $\text{SiO}_2$  powder and burning and solidifying by a hot press and have  $\geq 90\%$  sintering density. A material containing at least one of oxides of Ti, P, Ge, Al, B, Ta, Zn, F, etc., and oxides of rare earth elements of Er, Nd, Yb, Ce, Ho, Tm, Pr, Sm, etc., is used as the material for controlling a refractive index.

COPYRIGHT: (C)1994 JPO&Japio



(10) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平6-144867

(43) 公開日 平成6年(1994)5月24日

(5) Int. Cl. <sup>4</sup>	識別記号	庁内発明番号	F I	技術表示箇所
C 0 3 C 3/04				
G 0 2 B 6/12		M 8018-2K		

審査請求 未請求 請求項の数 6 (全 5 頁)

(21) 出願番号	特願平4-287071	(71) 出願人	000005120 日立電線株式会社 東京都千代田区丸の内二丁目1番2号
(22) 出願日	平成4年(1992)11月6日	(71) 出願人	000004228 日本電信電話株式会社 東京都千代田区内幸町一丁目1番6号
		(72) 発明者	中沢 正隆 東京都千代田区内幸町一丁目1番6号 日本電信電話株式会社内
		(72) 発明者	木村 康郎 東京都千代田区内幸町一丁目1番6号 日本電信電話株式会社内
		(74) 代理人	弁理士 網谷 信雄

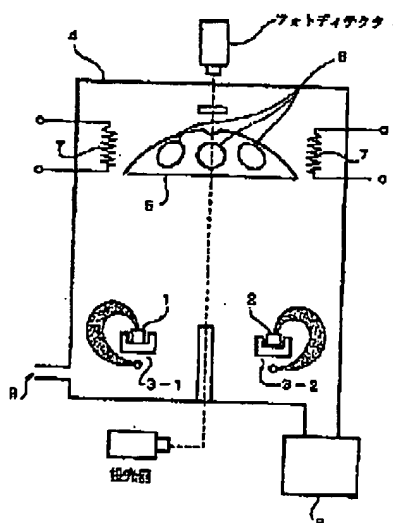
最終頁に続く

(54) 発明の名称 ガラス膜形成方法

(57) 要約

【目的】 屈折率の面内均一性の良い低損失なコア用ガラス膜を形成し、低損失な光導波路を製造する。

【構成】 屈折率制御用材料を含む SiO<sub>2</sub> タブレット 1、2 を電子ビーム蒸着法により離脱させて基板 6 上にガラス膜を形成する。タブレット 1、2 として、粒径が 1 μm 以下で、かつ粒径が増った順材料粉末を用いて形成されたタブレットを使用する。タブレット 1、2 は、屈折率制御用材料および SiO<sub>2</sub> 粉末を混合しホットプレスにより焼き固めて形成し、その焼結密度は 90% 以上とする。屈折率制御用材料には、Ti、P、Ge、Al、B、Ta、Zn、F などの酸化物、乃至 Er、Nd、Yb、Ce、Ho、Tm、Pr、Sm などの希土類元素酸化物を少なくとも 1 種含んだものを使用する。



-398-

(2)

特開平6-144867

I

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 屈折率制御用材料を含むSiO<sub>2</sub>タブレットを電子ビーム蒸着法により蒸着させて基板の低屈折率層上にガラス膜を形成する方法において、粒径が1μm以下で、かつ粒径が揃った原材料粉末を用いて形成されたタブレットを使用するようにしたことを特徴とするガラス膜形成方法。

【請求項2】 上記タブレットは、屈折率制御用材料粉末とSiO<sub>2</sub>粉末とを混合しホットプレスにより焼き固めて形成されたものであることを特徴とする請求項1記載のガラス膜形成方法。

【請求項3】 上記タブレットは、その焼結密度が90%以上であることを特徴とする請求項2記載のガラス膜形成方法。

【請求項4】 上記屈折率制御用材料は、Ti、P、Ge、Al、B、Ta、Zn、Fなどの酸化物であることを特徴とする請求項1乃至3のいずれかに記載のガラス膜形成方法。

【請求項5】 上記屈折率制御用材料は、Er、Nd、Yb、Ce、Ho、Tm、Pr、Smなどの希土類元素の酸化物を少なくとも1種含んでいることを特徴とする請求項1乃至4のいずれかに記載のガラス膜形成方法。

【請求項6】 請求項1乃至5のいずれかに記載の方法によりガラス膜を基板の低屈折率層上に形成する工程と、そのガラス膜をフォトリソグラフィ及びドライエッチングにより略矩形状に加工して光の伝導領域であるコアを形成する工程と、そのコアに低屈折率のガラス膜を被覆する工程とを含有していることを特徴とする光導波路の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は光導波路の製造技術に関し、とくに光の伝導領域となるコア用のガラス膜を低損失に形成するための方法及びこの方法によって形成した低損失ガラス膜をもとに光導波路を製造する方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 これまで、本発明者は、光導波路のコア膜形成方法として、電子ビーム蒸着性を提案してきた。この方法は、SiO<sub>2</sub>にTiO<sub>2</sub>やGeO<sub>2</sub>などの屈折率制御用酸化物材料を混合し、これをホットプレスにより焼き固めて固溶タブレットを形成し、そのタブレットを蒸着材料として、低屈折率層を有する基板上に、電子ビーム蒸着法によって光導波路コア用のガラス膜を形成するというものである。この方法により形成したガラス膜は、フォトリソグラフィ及びドライエッチング工程を経て、略矩形状のコアに加工される。最後にそのコア部表面にクラッド膜が被覆されて光導波路が形成される。

## 【0003】

2

【発明が解決しようとする課題】 しかし、従来の電子ビーム蒸着法により3"φのSi基板上に屈折率制御用材料の添加されたガラス膜を形成した場合、基板面内の屈折率のばらつきが大きくなるという問題があった。この屈折率のばらつきは、ガラス膜を導波路に加工した後の損失ばらつきの原因となる。また、この導波路により合分波器など光回路を構成した場合には、中心波長のずれを招くことになる。

【0004】 この発明の目的は、前記した従来技術の欠点を解消し、屈折率の面内均一性の良い低損失ガラス膜を形成し低損失光導波路を製造するための方法を提供することにある。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 上記目的を達成するためこの発明のガラス膜形成方法は、屈折率制御用材料を含むSiO<sub>2</sub>タブレットを電子ビーム蒸着法により蒸着させて基板の低屈折率層上にガラス膜を形成する方法において、粒径が1μm以下で、かつ粒径が揃った原材料粉末を用いて形成されたタブレットを使用するようにしたことを特徴としている。

【0006】 上記タブレットは、屈折率制御用材料粉末とSiO<sub>2</sub>粉末とを混合しホットプレスにより焼き固めて形成されたものであることが好ましい。さらに、上記タブレットは、その焼結密度が90%以上であることが好ましい。

【0007】 また、上記屈折率制御用材料は、Ti、P、Ge、Al、B、Ta、Zn、Fなどの酸化物であることが好ましい。さらに、上記屈折率制御用材料は、Er、Nd、Yb、Ce、Ho、Tm、Pr、Smなどの希土類元素酸化物を少なくとも1種含んでいることが好ましい。

## 【0008】

【作用】 上記技術的手段によれば、タブレットに電子ビームを照射して基板上にガラス膜を形成する際、そのタブレットが、粒径が1μmで、かつ粒径が揃った原材料を用いて形成されているので、粒子が基板表面に均一に蒸着され、屈折率の面内均一性の良いガラス膜が形成される。このようにして形成されたガラス膜をもとにして光導波路を製造することにより、屈折率歪みに起因する散乱損失を抑えた低損失光導波路を得ることができ、

## 【0009】

【実施例】 次に、この発明のガラス膜形成方法の実施例について説明する。

【0010】 【実施例1】 図1にはガラス膜形成に使用した電子ビーム蒸着装置の概略が示されている。

【0011】 まず、真空密閉4内の上に配置された基板ホルダ5に3"φの石英基板6を複数枚セットする。蒸着材料として、屈折率制御用酸化物材料であるGeO<sub>2</sub>粉末とSiO<sub>2</sub>粉末とを所望の比率で分散性良く混合

(3)

特開平6-144867

レホットプレスにより焼き固めた直径18mm、直径10mmの円柱形のタブレットを複数個準備する。このとき、それぞれの原材料粉末の粒径は、形成される膜の屈折率の均一性を向上させるため、1 μm以下（従来は10~100 μm程度）に細化したものを用いる。

【0012】次に、上記タブレット1、2を真空容器4内の蒸発源3-1、3-2にセットし、真空容器4内を真空排気系9によって10<sup>-1</sup>Torrまで排気後、基板ホルダ5にセットされた3"φのガラス基板6を加熱ヒータ7によって375℃まで加熱する。次に、成膜中における膜の酸素不足を補うため酸素ガス導入ポート8より酸素調整された酸素ガスを導入し、真空度が5×10<sup>-1</sup>Torrになるようにし、この状態で蒸発源3-1、3-2内のタブレット1に電子ビームを照射する。

【0013】これにより、3"φの石英基板6の表面に厚さ8μmのSiO<sub>2</sub>-GeO<sub>2</sub>ガラス膜9が形成された。なお、タブレット1の形状、大きさ並びに使用個数は上記の値に限定されない。また、基板6もこの実施例では3"φの石英基板を用いたが、その形状、材質、数量は上記例に限定されない。例えば、石英基板のサイズは4インチ、6インチでもよく、材質も石英基板以外に、表面にSiO<sub>2</sub>膜、あるいはSiO<sub>2</sub>にP、B、Fなどの屈折率増大剤を少なくとも1個含んだ膜を有するSi基板でもよい。

【0014】図2には、上記電子ビーム蒸着法により形成したSiO<sub>2</sub>-GeO<sub>2</sub>ガラス膜の屈折率分布を示したものである（測定位置1~4については図8を参照）。同図には比較のため、従来のタブレットを使用して形成したガラス膜の屈折率分布も示されている。従来のタブレットの原材料粉末の粒径は10~100 μmと大きく、ばらつきも大きい。この従来のタブレットを使用して形成したSiO<sub>2</sub>-GeO<sub>2</sub>ガラス膜の屈折率はばらつきは、屈折率1.4700に対して±5×10<sup>-4</sup>程度であった。これに対して、粒径を1 μm以下に揃えた原材料粉末を用いてタブレットを作成し、これを使用して形成したSiO<sub>2</sub>-GeO<sub>2</sub>ガラス膜の屈折率はばらつきは、屈折率1.4700に対して±5×10<sup>-5</sup>以下と従来タブレットを用いた場合に比して屈折率の均一性が著しく改善された。また、屈折率が1.4700に設定しているにもかかわらず、従来のタブレットを用いた場合には、設定値に対して最大-5×10<sup>-4</sup>のずれが生ずるのに対し、この発明による改良を加えたタブレットを使用することで設定値からのずれが±1×10<sup>-4</sup>以内に低減された。

【0015】また、粒径を1 μm以下で、かつ粒径が良く揃った原材料粉末を用いているため、焼結密度90%以上の高密度タブレットを再現性良く作ることができた。

【0016】なお、膜の屈折率は、タブレット中の屈折率増大剤粉末とSiO<sub>2</sub>粉末の混合比を変えることにより、容易に調整することができる。

【0017】【実施例2】次に、以上のようにして形成し

た基板面内の屈折率均一性の良いガラス膜をもとに光導波路を作製する方法について説明する。

【0018】図4に、この発明による光導波路の製造プロセスの一例を示す。

【0019】基板6に形成された低屈折率膜9の表面に、上記実施例1で示した成膜方法によりコア用のSiO<sub>2</sub>-GeO<sub>2</sub>ガラス膜10を形成する(a)。ガラス膜10の成膜後、基板全体を1000℃以上の温度で高温熱処理することにより、緻密かつ屈折率安定性の良いコア用ガラス膜11を得る(b)。その後、このコア用ガラス膜11上にコアを矩形状に加工するためのマスクとなるWS1膜12をスパッタリング法により0.1 μm厚で形成する(c)。そのWS1膜12の表面にフォトレジストを塗布し、フォトリソグラフィによりフォトレジスト膜13のパターニングを行う(d)。次いで、NF<sub>3</sub>ガスを用いた反応性イオンエッチングによりWS1膜12のパターニングを行う(e)。次いで、フォトレジスト膜13及びWS1膜12をマスクにしてCHF<sub>3</sub>ガスを用いた反応性イオンエッチングによりコア14を形成する(f)。次いで、フォトレジスト膜13及びWS1膜12を除去する(g)。最後に、SiO<sub>2</sub>-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>系の低屈折率クラッドガラス膜15でコア全体を覆い、埋込型の光導波路とする(h)。

【0020】かかる光導波路の製造方法によれば、タブレット原材料粉末の粒径が1 μm以下でかつ粒径が揃っているため、屈折率増大剤材料が均一に分散された膜を形成できる。このため、屈折率増大剤材料が膜内で集まることによる屈折率の歪みを低減することができ、ひいては、屈折率歪みに起因する散乱損失を抑えた光導波路を形成することができる。上記方法により実際に光導波路を作成した結果、波長1.8 μmにおいて伝送損失0.1 dB/cm以下の低損失な導波路を得ることができた。

【0021】【実施例3】次に、上記実施例2のコアガラス膜部分に希土類元素を添加して、レーザあるいは増幅器用の導波路を作成する場合の実施例について説明する。

【0022】蒸着材として、粒径1 μm以下のSiO<sub>2</sub>及びGeO<sub>2</sub>（屈折率増大剤材料）粉末を混合し、これをホットプレスにより焼き固めたタブレット1、ならびに、粒径1 μm以下の希土類元素化合物であるEr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末をホットプレスにより焼き固めたタブレット2を準備する。これら2つの蒸着材料を図1に示す二つの蒸発源3-1、3-2にセットし、同時に蒸着することにより3"φの石英基板6の表面に厚さ8μmのErO<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>-GeO<sub>2</sub>ガラス膜を形成し、実施例2に示した方法により光導波路を作成する。

【0023】この方法により導波路を製作したところ、波長0.98 μmの光励起により、波長1.535 μmおよび1.553 μmにおいて増光を確認した。また、上記波長の信号光を増幅できることも確認できた。このときの伝搬損

(4)

特開平6-144867

5

失は0.15dB/cmであった。

【0024】なお、この実施例では導電元素としてErを用いたが、これに限定されるものではなく、他に、Nd、Yb、Ce、Ho、Tm、Sm、Prなどを用いてもよい。また、これらのタブレット原材料としては、酸化物以外にErF<sub>3</sub>、あるいはErCl<sub>3</sub>といったフッ化物、塩化物などを用いてもよい。

【0025】

【発明の効果】以上要するに、この発明によれば次のような効果が期待できる。

【0026】1) 粒径1μm以下のSiO<sub>2</sub>粉末と屈折率制御用材料(GeO<sub>2</sub>など)粉末を混合しホットプレスにより固化したタブレットを用い、これを電子ビーム照射によって蒸発させて基板上にガラス膜を形成させる方法の採用により、屈折率の面内均一性の良い低損失なガラス膜が得られ、伝播損失の小さい光導波路を製造することができる。

【0027】2) タブレットの原材料の粒径を1μm以下とすることにより、再現性良く密度90以上の高密度タブレットを形成することができ、蒸着によって形成される膜の再現性が向上する。

【図面の簡単な説明】

【図1】この発明の方法によるガラス膜形成に使用される電子ビーム蒸着装置を示す概略図である。

【図2】この発明の方法により形成したSiO<sub>2</sub>-GeO<sub>2</sub>ガラス膜の屈折率の面内分布の測定値を従来のものと対比して示す図である。

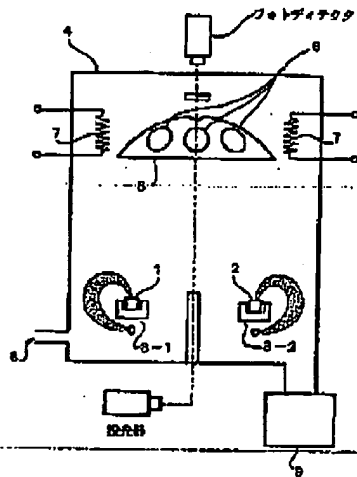
【図3】図2の測定位置を示す平面図である。

【図4】この発明の方法による光導波路の製造プロセスを示す図である。

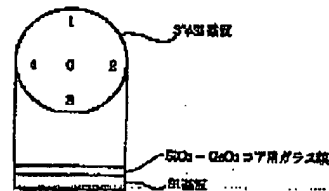
【符号の説明】

- 1 SiO<sub>2</sub>タブレット
- 2 SiO<sub>2</sub>タブレット
- 3 基板
- 4 低屈折率層
- 5 ガラス膜
- 6 蒸着銃のガラス膜
- 7 WSi膜
- 8 フォトリソグラフ
- 9 コア
- 10 低屈折のガラス膜

【図1】



【図3】



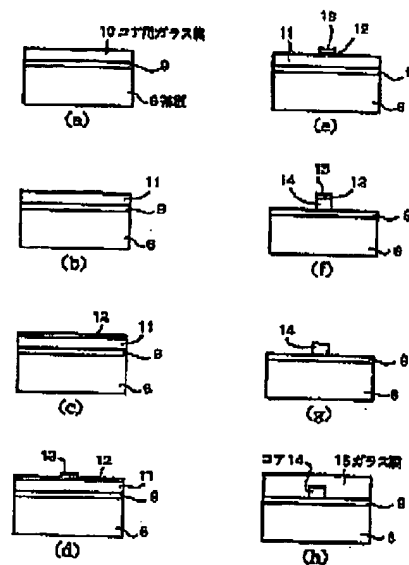
(5)

特開平8-144867

[図2]

測定位置	0	1	2	3	4
従来タブレット 原料粒径 $\sim 100\mu\text{m}$	1.4696	1.4700	1.4702	1.4695	1.4696
本発明タブレット 原料粒径 $< 1\mu\text{m}$	1.4700	1.4700	1.4700	1.4701	1.4701

[図4]



フロントページの続き

(72)発明者 堀村 誠一

茨城県土浦市木田余町8550番地 日立電線  
株式会社アドバンスリサーチセンター内

(72)発明者 井本 寛之

茨城県土浦市木田余町8550番地 日立電線  
株式会社アドバンスリサーチセンター内